

#### PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2002-001804

(43) Date of publication of application: 08.01.2002

(51)Int.Cl.

B29C 55/02 B29C 55/08

CO8J 5/18

// B29K 79:00

B29L 7:00 B29L 23:00

C08L 79:08

(21)Application number: 2000-182577

(71)Applicant:

NITTO DENKO CORP

(22)Date of filing:

19.06.2000

(72)Inventor:

DOMOTO TADANORI

MOCHIZUKI SHU

#### (54) AROMATIC POLYIMIDE FILM AND ITS MANUFACTURING METHOD

#### (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an aromatic polyimide film having mechanical properties including tensile modulus of not less than 10 Gpa which has not been observed in conventional films and to provide its manufacturing method.

SOLUTION: A method for manufacturing an aromatic polyimide film comprises a process of swelling a precursor film of a solventremaining aromatic polyimide with a swelling agent, a process of stretching the swollen film at least in a uniaxial direction, a process of removing the swelling agent from the stretched film and a process of fixing and heating the film to convert it into an imide.

#### **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## Japanese Unexamined Patent Publication No. 1804/2002 (Tokukai 2002-1804)

#### A. Relevance of the Above-identified Document

The following is a partial English translation of exemplary portions of non-English language information that may be relevant to the issue of patentability of the claims of the present application.

# B. <u>Translation of the Relevant Passages of the Document</u> See also the attached English Abstract.

[0007]

That is, the production method of the present invention includes the steps of: swelling with a swelling agent a precursor film of aromatic polyimide in which a solvent remains; drawing the swellen film at least in a uniaxial direction; removing the swelling agent from the drawn film; and fixing the film and performing thermal imidization on the film.

[0013]

If an amount of the remaining solvent in the precursor film ranges from 25 to 40wt%, it is easier to replace the solvent with the swelling agent. In addition, strength and other properties of the precursor film become appropriate, so that it is easier to use the precursor film.

[0014]

If drawing magnification in the drawing ranges from 5 to 20%, modulus of elasticity of the film increases sufficiently because of the drawing, and embrittlement of the film in a transverse direction (non-drawing direction) due to too much drawing is less likely to be caused.

#### (19)日本国特許庁 (JP)

### (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2002-1804 (P2002-1804A)

(43)公開日 平成14年1月8日(2002.1.8)

| (51) Int.CL'     | <b>識別記号</b>                 | FΙ               | テーマコート*(参考)       |
|------------------|-----------------------------|------------------|-------------------|
| B 2 9 C 55/02    |                             | B 2 9 C 55/02    | 4F071             |
| 55/08            |                             | 55/08            | 4 F 2 1 0         |
| C08J 5/18        | CFG                         | C08J 5/18        | CFG               |
| // B 2 9 K 79:00 |                             | B 2 9 K 79:00    |                   |
| B29L 7:00        |                             | B29L 7:00        |                   |
|                  | 審査請求                        | 未請求 請求項の数 6      | OL (全 5 頁) 最終頁に続く |
| (21)出願番号         | 特願2000-182577(P2000-182577) | (71)出願人 00000396 | 34                |
|                  |                             | 日東電工             | 株式会社              |
| (22)出顧日          | 平成12年6月19日(2000.6.19)       | 大阪府淡             | 木市下穂積1丁目1番2号      |
|                  |                             | (72)発明者 道本 忠     | ·<br><b>滋</b>     |
|                  |                             | 大阪府茨             | 木市下穂積1丁目1番2号 日東   |
|                  |                             | 電工株式             | 会社内               |
| •                |                             | (72)発明者 望月 周     |                   |
|                  |                             | 大阪府茨             | 木市下穂積1丁目1番2号 日東   |
|                  |                             | 電工株式             | 会社内               |
|                  |                             | (74)代理人 10009226 | <b>6</b>          |
|                  | ·                           |                  | 鈴木 崇生 (外4名)       |
|                  |                             |                  |                   |
|                  |                             |                  | 最終頁に続く            |

#### (54) 【発明の名称】 芳香族ポリイミドフィルム及びその製造方法

#### (57)【要約】

【課題】 従来にない引張弾性率が10GPa以上の機械的特性をもつ芳香族ポリイミドフィルム、及びそのフィルムを製造するための製造方法を提供する。

【解決手段】 溶媒が残存する芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤剤で膨潤させる工程と、膨潤したフィルムを少なくとも一軸方向に延伸する工程と、延伸したフィルムから膨潤剤を除去する工程と、そのフィルムを固定して熱イミド化する工程とを有する芳香族ポリイミドフィルムの製造方法。

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 溶媒が残存する芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤剤で膨潤させる工程と、膨潤したフィルムを少なくとも一軸方向に延伸する工程と、延伸したフィルムから膨潤剤を除去する工程と、そのフィルムを固定して熱イミド化する工程とを有する芳香族ポリイミドフィルムの製造方法。

【請求項2】 前記前駆体フィルムとしてシームレスの管状体を用いると共に、前記延伸を周方向に行う請求項 1記載の芳香族ポリイミドフィルムの製造方法。

【請求項3】 前記前駆体フィルム中の溶媒残量が25~40wt%である請求項1又は2に記載の芳香族ポリイミドフィルムの製造方法。

【請求項4】 前記延伸の延伸倍率が5~20%である 請求項1~3いずれかに記載の芳香族ポリイミドフィル ムの製造方法。

【請求項5】 請求項1記載の製造方法によって製造でき、芳香族酸二無水物と芳香族ジアミンとをモノマー成分する芳香族ポリイミドよりなり、延伸方向の引張弾性率が10GPa以上である芳香族ポリイミドフィルム。 20【請求項6】 請求項2記載の製造方法によって製造でき、芳香族酸二無水物と芳香族ジアミンとをモノマー成分する芳香族ポリイミドよりなり、周方向の引張弾性率が10GPa以上であるシームレス管状の芳香族ポリイミドフィルム。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤状態で延伸することで、機械的特性が改善された芳香族ポリイミドフィルム及びその製 30 造方法に関する。

#### [0002]

【従来の技術】従来より、ポリイミドは耐熱性、機械的特性、電気的特性に優れるため、宇宙・航空機用材料、電気電子材料、耐熱繊維材料等の分野において広く使用されている。特にピロメリット酸二無水物と4,4'-ジアミノジフェニルエーテルから製造される芳香族ポリイミドや、3,3',4,4'-ビフェニルテトラカルボン酸二無水物とp-フェニレンジアミンから製造される芳香族ポリイミドから、優れた耐熱性、機械的特性を有するフィルムが得られることが知られている。

【0003】 これらの芳香族ポリイミドは、モノマー成分として、剛直性を示す酸 (又はアミン) 成分と可撓性を発現するアミン (又は酸) 成分とを組み合わせて重合することにより、薄膜状になる程度の成形性を有せしめて、かつ高い弾性率を発現させている。

#### [0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、上記フィルムの引張弾性率は、せいぜい4~8GPa程度であるため、処理速度の高速化、高画質化が要求されている

画像形成装置の定着ベルト、転写ベルト等では十分に要求特性を満足する数値には到っていない。つまり、特に処理速度が高速化した装置や大阪印刷用の装置に、薄くて強い引張り弾性率10GPa以上のベルトが望まれているが、現在、最も弾性率の高い芳香族ポリイミドを用いてベルトを製造した場合でも、充填剤補強しないで引張弾性率が9GPaを超えるものは製造が困難であった。

【0005】本発明は、かかる要望に応じてなされたも 10 ので、従来にない引張弾性率が10GPa以上の機械的 特性をもつ芳香族ポリイミドフィルム、及びそのフィル ムを製造するための製造方法を提供することを目的とす

#### [0.006]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、棒状ポリイミド分子の配向性に着目し、それを好適に配向させる方法を検討した結果、完全なポリイミド前駆体状態でフィルムを作製し、膨潤させて低倍率で延伸することにより、配向した引張弾性率の大きなフィルムが得られることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明の製造方法は、溶媒が残存する芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを彫潤剤で膨潤させる工程と、膨潤したフィルムを少なくとも一軸方向に延伸する工程と、延伸したフィルムから膨潤剤を除去する工程と、そのフィルムを固定して熱イミド化する工程とを有するものである。

【0008】また、前記前駆体フィルムとしてシームレスの管状体を用いると共に、前記延伸を周方向に行うものである。

【0009】上記において、前記前駆体フィルム中の溶 媒残量が25~40w t%であることが好ましい。ま た、前記延伸の延伸倍率が5~20%であることが好ま しい。一方、本発明の芳香族ポリイミドフィルムは、上 記の製造方法(請求項1)によって製造でき、芳香族酸 二無水物と芳香族ジアミンとをモノマー成分する芳香族 ポリイミドよりなり、延伸方向の引張弾性率が10GP a以上である芳香族ポリイミドフィルムである。

【0010】また、本発明の芳香族ポリイミドフィルムは、上記の別の製造方法(請求項2)によって製造でき、芳香族酸二無水物と芳香族ジアミンとをモノマー成分する芳香族ポリイミドよりなり、周方向の引張弾性率が10GPa以上であるシームレス管状の芳香族ポリイミドフィルムである。

[0011] [作用効果] 本発明の製造方法によると、実施例の結果が示すように、芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤させた状態で延伸するため、得られるフィルムの引張弾性率を大幅に向上させることができる。 膨潤状態で延伸するのが有効な理由の詳細は明らかではないが、溶媒量を増加して分子鎖の可動性を高める場合に比べて、膨潤状態の方がミクロ構造的に延伸による分 子鎖の配向効果が高いためと推測される。なお、溶媒が 残存する前駆体フィルムを用いるのは、置換による膨潤 を容易化するのに有効であり、熱イミド化する前に膨潤 剤を除去するのは、得られるフィルムの機械的特性の向 上に有効であると考えられる。

【0012】また、前記前駆体フィルムとしてシームレスの管状体を用いると共に、前記延伸を周方向に行う場合、引張弾性率が大幅に向上したシームレスの管状の芳香族ポリイミドフィルムを製造することができる。

【0013】前記前駆体フィルム中の溶媒残量が25~40wt%である場合、溶媒と膨潤剤との置換がより容易に行え、しかも前駆体フィルムの強度等が適度になり、取り扱いがより容易になる。

【0014】前記延伸の延伸倍率が5~20%である場合、延伸による弾性率の向上効果が十分得られ、しかも過度の延伸による横方向(非延伸方向)の脆弱化がより生じにくくなる。

【0015】一方、本発明の芳香族ポリイミドフィルムは、上記の製造方法によって得られるような、適度に分子鎖が配向した構造を有するため、延伸方向の引張弾性 20率が10GPa以上と高く、しかも非延伸方向の強度もある程度維持されたものとなる。

【0016】また、本発明の別の芳香族ポリイミドフィルムは、上記と同様に適度に分子鎖が配向した構造を有するため、周方向の引張弾性率が10GPa以上と高く、しかも非延伸方向の強度もある程度維持されたシームレス管状体となる。

#### [0017]

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態につい い。なお溶液粘度は、加熱 て説明する。本発明では、溶媒が残存する芳香族ポリイ 30 よっても調整可能である。 ミドの前駆体フィルムを用いるが、かかる前駆体フィルムは、以下のような芳香族酸二無水物と芳香族ジアミンムレス管状体として成形するとを用いて、常法にて製造することができる。 4 は ることができる。 具体的に

【0018】芳香族酸酸無水物としては、ピフェニルテトラカルボン酸二無水物、及び/又はピロメリット酸二無水物等が挙げられる。ピフェニルテトラカルボン酸二無水物としては、3,3',4,4'ーピフェニルテトラカルボン酸二無水物、2,3,3',4ーピフェニルテトラカルボン酸二無水物が挙げられる。

【0019】また、芳香族ジアミンとしては、p-フェ 40 ニレンジアミン、2, 2' ージメチルベンジジン、3, 3' ージヒドロキシー4, 4' ージアミノピフェニル、 4, 4' ージアミノベンズアニリド等の直線構造を持つ ものが挙げられる。

【0020】上記の芳香族酸二無水物と芳香族ジアミンの組合せとしては、ビフェニルテトラカルボン酸二無水物と、p-フェニレンジアミン、2,2'-ジメチルベンジジン、3,3'-ジヒドロキシー4,4'-ジアミノビフェニルとの組合せが、分子鎖の配向性の点で好ましい。なお、上記の芳香族酸二無水物と芳香族ジアミン 50

とは、各々2種以上併用してもよく、その場合、得られる芳香族ポリイミドは共重合体となる。

【0021】合成には、N. N-ジアルキルアミド類等 の有機極性溶媒が好適に用いられ、例えばN、Nージメ チルホルムアミド、N, N-ジメチルアセトアミド、 N. N-ジエチルホルムアミド、N. N-ジエチルアセ トアミド、N、N-ジメチルメトキシアセトアミド、ジ メチルスルホキシド、ヘキサメチルホスホルトリアミ ド、N-メチル-2-ピロリドン、ピリジン、ジメチル スルホキシド、テトラメチレンスルホン、ジメチルテト ラメチレンスルホン等が使用される。これらは単独で用 いてもよいし、併せて用いてもよい。さらに、上記有機 極性溶媒中にクレゾール、フェノール、キシレノール等 のフェノール類、ベンゾニトリル、ジオキサン、ブチロ ラクトン、キシレン、シクロヘキサン、ヘキサン、ベン ゼン、トルエン等を単独でもしくは併せて混合すること もできる。なお、水の存在によって生成するポリアミド 酸が加水分解して低分子量化するため、ポリアミド酸の 合成は実質上無水条件下で行うことが好ましい。

【0022】以上のような芳香族酸二無水物(a)と芳香族ジアミン(b)を有機極性溶媒中で反応させることにより、ポリアミド酸が得られるが、その際のモノマー濃度は(溶媒中における(a)+(b)の濃度)は、種々の条件に応じて設定される。また、反応温度は80℃以下に設定することが好ましく、特に好ましくは5~50℃である。反応の進行に伴い、溶液粘度が上昇するが、加工性等の点からB型粘度計における25℃の粘度を0.01~1000Pa・sに調整することが好ましい。なお溶液粘度は、加熱下での攪拌やモノマー濃度によっても調整可能である。

【0023】前駆体フィルムをシート状フィルムやシームレス管状体として成形するには、公知の方法を採用することができる。具体的には、シート状フィルムの場合、ガラス板、ステンレス基板、ステンレスベルト等の基材上に流延した後、加熱乾燥させる方法が一般的である。一方、シームレス管状体は、円筒状金型の内面や外面に浸潤塗布、スプレー塗布等の方法で塗布した後、膜厚精度を出すために管状外型、弾丸状走行体及びスクレーパ等で余計なポリアミド前駆体溶液を除去したり、遠心成形法等により成形される。

【0024】 この時、モノマー濃度や溶液粘度等により 膜厚精度が決まり、また金型内面の表面粗さが管状体の 表面精度を決定するため、管状体の設計に応じてこれらを決定できるが、ポリイミド前駆体溶液のモノマー濃度 は3~50 w t %、好ましくは5~40 w t %である。また、溶液粘度は0.01~1000 Pa・s、好ましくは0.05~700 Pa・s、より好ましくは0.1~500 Pa・sである。溶液粘度は管状体の膜厚精度 等の寸法精度に影響を与える大きな要因であり、上記 度未満であると偏肉が生じやすくなる傾向があり、上記

粘度を超えると製造の際の成形性に乏しくなる傾向がある。

【0025】また、導電性、半導電性、高熱伝導性、高強度等要求される特性により所望の有機粉体、無機粉体、無機酸化物、金属、金属酸化物、界面活性剤や繊維等の充填剤を使用できる。

【0028】本発明では、溶媒が残存する前駆体フィルムを使用するが、上記塗布されたポリイミド前駆体溶液を80℃以下の温度(例えば60℃)で適当な時間だけ加熱乾燥し、基材や金型等から剥離することにより、イ 10ミド化の進んでいない溶媒が残存する前駆体フィルムを得ることができる。本発明では、溶剤残量が25~40%の前駆体フィルムを用いるのが好ましいが、加熱温度や時間によって溶剤残量を調整することができる。なお、溶剤残量が25%未満であると、後工程で膨潤し難く、延伸のばらつきを生じる傾向があり、40%を超えるとフィルムが柔かく剥離時に変形するという障害が生じる傾向がある。

【0027】このように製造されたポリイミド前駆体フィルムは、延伸前に膨潤剤で膨潤される。膨潤剤として 20は、前記溶媒と置換して芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤(溶解せずに体積増加)させるものであれば何れでもよいが、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、グリセリン等の高沸点アルコール類などが挙げられ、特にエチレングリコールが好ましい。膨潤は、前駆体フィルムを膨潤剤に浸漬したり、膨潤剤を塗布するなどして行うことができる。また、膨潤を効率良く行う上で、80℃以下の加熱下で膨潤を行うのが好ましい。膨潤を行う時間は、膨潤剤や溶媒の種類にもよるが、1~10分間程度が好ましい。 30

【0028】本発明では、彫潤したフィルムを少なくとも一軸方向に延伸するが、この延伸は彫潤剤中で、又は彫潤剤への浸漬後に行われる。延伸方法としては、複数の金属ロールの回転速度差を利用する方法、ピンチロール間の回転速度差を利用する方法、テンター式延伸機を用いる方法(2軸延伸可能)が挙げられる。前駆体フィルムとしてシームレスの管状体を用いる場合、延伸は少なくとも周方向に行う。いずれの延伸法においても、室温~50℃までの低温で行うのが好ましい。50℃を超えるとフィルムの剛性がなくなり、成形性が乏しくなる40傾向がある。

【0029】その際の延伸倍率は、各延伸方向について 5~20%が好ましい。5%未満だと延伸による弾性率 の向上効果が不十分になる傾向あり、20%を超える と、配向が強すぎて、たて裂けが弱いフィルムとなる傾 向がある。

【0030】本発明では、このようにして延伸したフィルムから膨潤剤を除去する。膨潤剤の除去は、常温乾燥、加熱乾燥等により行ってもよいが、液体を用いた抽出により除去するのが、加熱せずに短時間で膨潤剤を除

去できるため好ましい。その際用いる液体としては、 水、エタノール、イソブルピルアルコール等を使用する ことができる。

【0031】本発明では、膨潤剤が除去されたフィルムを固定して熱イミド化する。フィルムの固定は、延伸方向と逆方向の収縮を防止できればよく、両端部を固定する方法、定速でロール搬送する方法、ロール間に保持する方法、円柱状金型に被覆固定する方法などが挙げられる。

【0032】また、熱イミド化は、従来のポリイミドフィルムと同様にして行うことができ、例えば100℃前後から400℃前後までの段階的加熱により、イミド化を進行させて完結させることができる。

【0033】なお、膨潤剤の除去に使用した液体は、使用直後に乾燥等してもよく、また、熱イミド化の際の加熱によって蒸発除去するなどしてもよい。

るとフィルムが柔かく剥離時に変形するという障害が生しる傾向がある。 「0027」とのように製造されたポリイミド前駆体フィルムは、延伸前に彫潤剤で彫潤される。膨潤剤として20 ミドよりなり、延伸方向の引張弾性率が10GPa以上は、前記溶媒と置換して芳香族ポリイミドの前駆体フィルムを膨潤(溶解せずに体積増加)させるものであれば何れでもよいが、例えばエチレングリコール、ジエチレである。

【0035】また、非延伸方向の引き裂き強度(JIS K 7128-3に準じる)は、150~600N/mmが好ましい。150N/mm未満では、ベルト等に使用する場合の耐久性が不十分になる傾向がある。

【0036】本発明にかかる芳香族ポリイミド樹脂製フ ィルムは、用途として特に限定されないが、FPCの回 路基板や耐熱テープの基材等に好適に用いられる。ま た、本発明にかかる芳香族ポリイミドのシームレス管状 体は、幅広い分野で使用が可能であるが、特に複写機、 レーザービームブリンター等の画像形成装置に用いられ る定着ベルト、転写ベルト、搬送ベルト、感光体ベルト 等の機能性ベルトや、ATMや公衆電話等の紙葉・カー ド搬送用の搬送ベルト或いはこれらの基材として好適に 用いることができる。特に、本発明によれば、コピー機 や複写機の定着ベルトとして従来以上の機械的強度を有 するため、従来のものより薄膜化が可能となる。そのた め熱伝導が有利となり、定着時間の短縮により高速化が 可能となる。また、従来通りの厚みであれば、従来以上 の機械的強度を有するため、広幅化が可能となり大阪印 刷用に使用できるようになる。

[0037]

【実施例】以下、本発明の構成と効果を具体的に示す実施例等について説明する。なお、実施例、比較例における物性の評価は次のようにして行った。

【0038】1)引張弾性率

JIS K 7127 (1999) \*\* に基づき、試験片の幅10mm、長さ250mmになるようにとり、つか

み具間距離150mmとし、テンシロンにて引張速度1 mm/分にて測定・算出した。

【0039】2)引裂強度

\* \* 1 % \*

JIS K 7128-3に基づき、試験速度200m m/分で測定し、得られた結果より計算により引裂強度 を算出した。

[0040] [実施例1] 窒素置換した500mL4つ □フラスコにジメチルアセトアミド(380g)とp-フェニレンジアミン(25.5g)を仕込み、常温で攪 ピフェニルテトラカルボン酸二無水物(69.4g)を 添加し、一定時間攪拌しながら25℃で重合反応を行っ た結果、徐々に粘度が上昇した。得られたポリアミド酸 溶液を75℃で24時間加熱しながら攪拌することによ り、B型粘度計による溶液粘度が250Pa·sのポリ イミド前駆体溶液(固形分濃度20wt%)を得た。

【0041】このポリイミド前駆体溶液をガラス板上に 塗布し、60℃で90分加熱した後剥離し、溶剤残量3 2%で厚み120μmのポリイミド前駆体フィルムを得 た。ととで溶剤残量は、次式の通り、ポリイミドの重量 からポリイミド前駆体の重量を算出し計算した。

【0042】溶剤残量(%)=(乾燥試料重量-ポリイ ミド前駆体重量)/試料重量×100ととで、ポリイミ ド前駆体重量=ポリイミド重量+ (ポリイミド重量/ポ リイミド分子量)×2×(H, Oの分子量)である。 【0043】とのポリイミド前駆体フィルムを50℃の エチレングリコール中に5分間浸漬して膨潤させ、引き 上げてから一軸方向に10%延伸したあと、イソプロピ ルアルコールでエチレングリコールを除去した。その 後、両端を固定し、130℃から360℃まで段階的に 30 加熱(加熱中にイソプロピルアルコールは蒸発した) し、熱イミド化を行ない、58μmの芳香族延伸ポリイ ミドフィルムを得た。このフィルムは、表面精度が良好 であり、JIS K 7127(1999) に準じ、延 伸方向の引張弾性率を測定したところ13 5GPaで あり、延び13%であった。また、非延伸方向の引き裂米

\*き強度は、440N/mmであった。

【0044】[実施例2]実施例1にて得られた芳香族 ポリイミド前駆体溶液を内径約φ40mm、長さ500 mmの円筒状金型の内面にディスペンサーで上から15 0 m m 程塗布した。次いで弾丸状走行体を上部より金型 内部に自重により落下させ、均一な膜厚(600 µm) とした。この金型を60℃で90分加熱した。円筒状金 型より離型しポリイミド前駆体のシームレス管状体(膜 厚120μm、溶剤残量35%)を得た。

拌させながら溶解した。次いで、3,3',4,4'- 10 【0045】とのシームレス管状体を50℃のエチレン グリコール中に5分間浸漬して膨潤させ、引き上げてか らロール間で周方向に5%延伸したあとイソプロピルア ルコールでエチレングリコールを除去した。その後、円 柱状の金型に固定し、130℃から360℃まで段階的 に加熱し、熱イミド化を行ない、58μmの延伸ポリイ ミドシームレス管状体を得た。

> 【0046】このシームレス管状体は、表面精度が良好 であり、これを切り関いてJISK 7127 (199 9) に準じ、周方向の引張弾性率を測定したところ11 OGPaであり、延び17%であった。また、非延伸 方向の引き裂き強度は、490N/mmであった。

> 【0047】[比較例1]実施例1にて得られた芳香族 ポリイミド前駆体溶液を内径約φ40mm、長さ500 mmの円筒状金型の内面にディスペンサーで上から15 0 m m 程塗布した。次いで弾丸状走行体を上部より金型 内部に自重により落下させ、均一な膜厚(600 µm) とした。この金型を室温から段階的に360℃まで加熱 硬化させ、溶媒の除去、脱水閉環水の除去及びイミド転 化の完結反応を行い、次いで室温まで冷却した。円筒状 金型より硬化したシームレス管状体 (膜厚74μm)を 得た。この管状体は内表面・外表面とも表面精度が良好 であり、これを切り関いてJIS K 7127(19 99) に準じ周方向の引張弾性率を測定したところ6. 8GPaであり、延び20%でであった。また、幅方向 の引き裂き強度は、509N/mmであった。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

B29L 23:00

C 0 8 L 79:08

FI:

テマコード(参考

B29L 23:00 CO8L 79:08

Fターム(参考) 4F071 AA60 AF20Y BB07 BC01 4F210 AA40 AB01 AG01 QC01 QC03 QC05 QG01 QG02 QG18 QW11 QW31